# POLYTETRAFLUOROETHYLENE FIBER AND ITS PRODUCTION

Publication number: JP9256217

Publication date: 1997-09-30
Inventor: IIMURA MIT

IIMURA MITSUO; DOMOTO TADANORI; TAKAHATA

EIJI
Applicant: NITT

NITTO DENKO CORP

Classification:

B01J35/02; A01N59/00; A01N59/02; A01N59/16; A01N59/20: D01F1/10: D01F6/12: B01J35/00:

A01N59/00; A01N59/02; A01N59/16; D01F1/10; D01F6/02; (IPC1-7): D01F6/12; A01N59/00; A01N59/02;

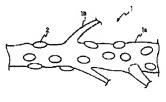
A01N59/16; A01N59/20; B01J35/02; D01F1/10 - European:

Application number: JP19960068192 19960325 Priority number(s): JP19960068192 19960325

Report a data error here

# Abstract of JP9256217

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a polytetrafluoroethylene fiber capable of sufficiently exhibiting the photocatalyst particles and antimicrobial particles contained in, thereby expanding the application range. SOLUTION: First, a paraffin-based lubricant is mixed with photocatalyst particles such as of titanium dioxide and then further mixed with PTFE fine powder. The weight ratio of the titanium dioxide to the PTFE fine powder is 0.02. Secondly, the resultant mixture is extruded into a paste, which is then calendered into an unbarred sheet. Thirdly, the sheet is baked and, under heated state. oriented longitudinally by a factor of 3 to form an oriented film. Thereafter, the oriented film is fretted and opened during its passage through a needle-implanted roll into the objective PTFE fiber. In this PTFE fiber 1, the photocatalyst particles, etc., 2 are projected on the fiber surface and the fiber profile is such one that hairy fibers 1b are branched from a backbone fiher 1a



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(51) Int.Cl.\*

# (19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A)

FΙ

庁内整理番号

# (11)特許出願公開番号 特開平9-256217

(43)公開日 平成9年(1997)9月30日

技術表示箇所

D01F 6/1	2		D01	F 6/12			Α		
A01N 59/0	10		A011	N 59/00			С		
59/0	12			59/02			Z		
59/1	6		59/16 A						
							z		
		審查請求	未請求	青求項の数	OL.	(全 6	頁)	最終頁	に続く
(21) 出願番号	特顯平8-68192		(71)出		03964				
(22) 出順日	平成8年(1996)3月25日				電工株式 商業水市		1	1番2号	
	1,44-1,44-1,474-1		(72)発明者 飯村 満男						
			(, 5-2			下航槽	1 T F	1番2号	日東
					株式会社				mark
			(72)発	明者 道本	忠憲				
				大阪	有类木市	下穂積	178	1番2号	日東
				電工	株式会社	内			
			(72)発	明者 高畠	柴治				
				大阪	府茨木市	下糖積	1丁目	1番2号	日東
				電工	株式会社	内			
			(74) ft		土 池内				

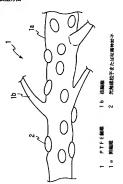
# (54) 【発明の名称】 ポリテトラフルオロエチレン繊維およびその製造方法

識別記号

### (57)【要約】

【課題】 光触媒粒子および抗菌性粒子の機能を充分に 発揮させ、その適用範囲を拡大したボリテトラフルオロ エチレン繊維を提供する。

【解決手段】 パラフィン系潤滑剤と酸化チタン等の光 触媒粒子等とを混合し、この混合物とPTFEファイン パウダーとを混合する。酸化チタンの配合量はPTFE ファインパウダーに対して2重量%である。この混合物 をベースト押出し、ついでカレンダー加工し、未焼成シ ートを得る。これを焼成した後、加熱した状態で、長手 方向に3倍延伸し、延伸フィルムを得る。この延伸フィ ルムを針を備えたロールにより擦過、開繍し、PTFE 繊維を得る。図示のように、このPTFE繊維1は、繊 維表面から光触媒粒子等2が突出しており、繊維形状は 幹繊維1aから枝繊維1bが分岐した形状である。



#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 光触媒粒子および抗潮性粒子の少なくと も一方を含有するポリテトラフルオロエチレン繊維。 【請求項2】 ポリテトラフルオロエチレン繊維の形状 が、幹繊維から枝繊維が分岐した形状である請求項1記 載のポリテトラフルオロエチレン繊維

【請求項3】 粒子の一部が繊維表面に露出している請求項1または2記載のポリテトラフルオロエチレン繊維。

【請求項4】 光触媒粒子が、TiO<sub>2</sub> 粒子、ZnO粒子、Fe<sub>2</sub>Os粒子、CdS粒子、CdSを粒子、SrTiO<sub>3</sub> 粒子からなる群から選択された少なくとも一つの光触媒粒子である請求項1~3のいずれか一項に記載のポリテトラフルオロエチレン機能。

【請求項5】 抗菌性粒子が、下記(A)の化合物および下記(B)の化合物のかなくとも一つの化合物である 請求項1~4のいずれか一項に記載のボリテトラフルオ ロエチレン繊維。

(A) 高シリカゼオライト、ソーダライトおよびモル デナイトからなる群から選択されたいずれか一つのゼオ ライトと、銀イオン、銀イオン、亜鉛イオン、水銀イオ ン、スズイオン、鉛イオン、チグンイオンからなる群か ら選択されたいずれか一つの金属イオンとの化合物。

(B) シリカゲル、セラミックおよびリン酸塩からなる群から選択されたいずれか一つと金属との化合物。

【請求項6】 光触媒粒子および抗菌性粒子の合計配合 割合が、ポリテトラフルオロエチレンに対し、1~30 重量%である請求項1~5のいずれか一項に記載のポリ テトラフルオロエチレン繊維。

【請求項7】 繊維の比表面積が、0.3~10m²/ gの範囲である請求項1~6のいずれか一項に記載のボ リテトラフルオロエチレン繊維。

【請求項8】 光触媒粒子および抗粛性粒子の少なくと も一方を含むポリテトラフルオロエチレンフィルムを延 伸処理し、この延伸ポリテトラフルオロエチレンフィル なを擦過して開鍵するポリテトラフルオロエチレン繊維 の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、ポリテトラフルオ ロエチレン繊維およびその製造方法に関するものであ り、詳しくは、殺菌性あるいは抗菌性のあるポリテトラ フルオロエチレン繊維およびその製造方法に関するもの である。

#### [0002]

【従来の技術】酸化チタン等の光触媒粒子は、光の吸収 により励起された電子が、接近する有機物または酸生物 などに酸化作用を行い分解する、いわゆる光触媒反応を 示す。他方、ゼオライトと金属あるいは金属イオンとの 化合物は、抗糖性を示すことが知られている。そして、 このような光敏媒執子および抗粛性契予を利用する技術 が種へ開発されている。例えば、特爾平6-31561 4号外報および特爾平7-265714号分報には、前 記光触媒粒子を無機物や有機物に担待する技術が記載さ れている。この場合、前述のように光地媒粒子は着機物 は大日軽化作用を一し、特を歴化チクジは酸化力が強い ことから、有機物の担持体としては抗酸化性の高分子材 料、例えば、ボリテトランルオロエチレン(PTFE) 等のファ素樹脂が使用される。

#### [0003]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、従来の 光触練路とおよび抗菌性貼行の利用技術は、前記光機能 分半零个性能を分化に発酵させることができなかった。 また後後の利用技術は、その適用範囲が概定的されると いう問題もある。例えば、前記特開平6-315614 号公際に記載の技術は、フィルム基材上は酸化チタン層 を形成さものであるが、これでは、フィルター等の用 流に創町するのは影響である。

【〇〇〇4】本発明は、前記従来の問題を解決し、光触 媒粒子および抗菌性粒子の機能を充分に発揮させ、その 適用範囲を拡大したポリテトラフルオロエチレン繊維お よびその製造方法の提供と目的とする。

#### [0005]

【課題を解決するための手段】前記目的を達成するため に、本発明のポリテトラフルオロエチレン繊維は、光触 媒粒子および抗菌性粒子の少なくとも一方を含有すると いう構成をとる。

【0006】 すなわち、本発明者らは、前記光触媒粒子等の機能を充分に発揮させるための手段として、担持体の教服務を大きくするという著地を得た。そで、一番地に基づき、担持体の材質を抗酸化性のあるポリテトラフルオロエチレンとするとの前提で、一連の研究を行ったところ、ポリテトラフルオロエチレンを機能が失いされば、フィルム形状等の他の形状に比べて、表面積を大きくすることが可能であることを突急止かた。すなわ、ポリテトラフルオロエチレンは機能は、表面積が大きいフィルターや不機布等に加工することができ、この結果、光微媒粒子等の組織等に対する接触面積を大きくすることが可能となる。

【0007】そして、ポリテトラフルオロエチレン線維 の形状は、直線状でもよいが、幹線維から枝線維維が今岐 した形状とすると、交替化分等に高くなり、これを用い たフィルターや不義布等は、強度および報告性等が特に 優れるようになって細菌等の揺集性等が高まり、その結 里、劉健性および結算性が増わるようになる。

【0008】なお、本発明において、「抗菌性」とは、 殺菌性だけでなく菌の成育や代謝を停止させるいわゆる 静粛性を含む意味である。

【0009】また、前記光触媒粒子等は、接近する細菌 等に直接接触して酸化作用を及ぼすことから、本発明の ポリテトラフルオロエチレン繊維において、穀歯性およ び抗菌性をさらに高めるという理由から、前部光始媒発 そおよび抗菌性粒子の少なくとも一つの粒子の一部が織 維表面に露出していることが作ましく、特を好ましく は、前記光触媒粒子および抗菌性粒子の少なくとも一つ の粒子の一部が、繊維表面から突出していることであ

【00101本発明のポリテトラフルオロエチレン繊維 において、前記光触媒能子は、T10、粒子、Zn0粒 チ、Fegの製子、Cd5粒子、CdSを粒子、SrT iO、粒子からなる群から選択された少なくとも一つの 光触媒粒子であることが辞ましく。このなかでも酸化力 が強いT10、独子が特に対ましい。

【0011】また、本発明のポリテトラフルオロエチレン繊維において、抗菌性粒子は、下記(A)の化合物および下記(B)の化合物の少なくとも一つの化合物であることが好ましい。

【0012】(A) 高シリかゼオライト、ソーダライトおよびモルデナイトからなる群から選択されたいずれか一つのゼオライトと、観イオン、飼イオン、亜鉛イオン、水銀イオン、スズイオン、鉛イオン、チクンイオンからなる群から選択されたいずれか一つの金属イオンとの化合物。

【0013】(B) シリカゲル、セラミックおよびリン酸塩からなる群から選択されたいずれか一つと金属との化合物。

そして、本発明のポリテトラフルオロエチレン繊維において、光度媒粒子および抗菌性粒子の含計配合制合は、 ポリテトラフルオロエチレン対し、通常、1~30重量 %である。

【0014】また、本発明のポリテトラフルオロエチレン繊維の比美面積は、0.3~10㎡/8の応囲であることが好ましい。そして、本発明のポリテトラフルオロエチレン繊維は、通常、繊維径が0.1~50μmの範囲であり、繊維長が1~150mmの範囲である。

【0015】つぎに、本売明のポリテトラフルオロエチレン繊維の製造方法は、光触媒粒子および抗菌性粒子の少なくとも一つの粒子を含むポリテトラフルオロエチレンフィルムを延伸処理し、この延伸ポリテトラフルオロエチレンフィルムを擦過して開繍するという構成をと

【0016】これによれば、光触媒粒子および抗菌性粒子の少なくとも一つの粒子を含有し、幹繊維から枝繊維 が分岐した繊維形状のポリテトラフルオロエチレン繊維を製造することが可能である。

#### [0017]

【発明の実施の形態】つぎに、本発明を具体的に説明する。本発明のボリテトラフルオロエチレン (PTFE) 総本発明のボリテトラフルオロエチレン (PTFE) 総本法、光触媒粒子および抗菌性粒子の少なくとも一方 の粒子を含有するものである。 【0018】前記光触媒粒子として酸化チタンが好ましいことは先に逆べたとおりである。この酸化チタンとしては、アナター・ゼ型の酸化チタン粉末が好ましく、の粒俗は、通常、0.001~50μmの範囲であり、好ましくは0.01~10μmの範囲である。また、配合量は、PTFBに対し、通常1~30重量%であり、好ましくは1~10重量%である。

【0019】一方、抗糖性粒子についても先に述べたと おりである。なお、好ましい抗菌性粒子としては、繋ゼ オライト、高シリカゼオライト、ソーグライト、モルデ ナイト等があげられる。

【0020】つぎに、繊維原料となるPTFEは、例えば、乳化度含または懸海産命により調要をわるが、この PTFEの調要法の別により、本発明のPTFE繊維の 要適方法も異なってくる。以下、PTFEの調要法別に 本発明のPTFE繊維の製造方法を説明する。なお、前 記乳化度合および懸濁重合は、従来公知の方法が適用で きた。

【0021】最初に、乳化重合で得られたPTFEを用いてPTFE繊維を製造する場合を説明する。

【0022】すなわち、まず、PTFE粉末と、光触媒 粒子および抗菌性粒子の少なくとも一方と、潤滑剤とを 混合し、ペースト押出しを行いフィルム状あるいはシー ト状に形成する。上記潤滑剤としては、例えば、パラフ ィン系潤滑剤があげられる。また、この潤滑剤の配合割 合は、PTFEに対し、通常、15~30重量%の範囲 である。つぎに、この成形物を、PTFEの融点以上で 焼成し、その後延伸するか、または前記融点以下で延伸 し、その後憶成する方法のいずれかで延伸する。この延 伸は、通常、一軸延伸であるが、この一軸延伸には、加 熱された回転速度の異なる2つのロール間の速度差によ る延伸処理を適用することが好ましい。この場合の延伸 倍率は、通常、延伸処理前の長さの2倍以上であり、好 ましくは3倍以上である。ここで微細なPTFE繊維を 製造するためには、延伸後のフィルムの厚さは、薄い方 が望ましい。すなわち、フィルムの厚さは、通常、0. 001~0, 1mm、好ましくは0, 005~0, 05 mmである.

【0023】なお、この製造方法によれば、光触媒粒子または抗魔粒子の配合量は、PTFEに対し30重量% 以下とすることが対ましく、これを超えると延伸時にフィルムが舷断しやすい。特に好ましくは1~10重量%の範囲である。

【0024】そして、このフィルムからPTFE繊維を 製造するが、延伸フィルムから微細な繊維を得るために は、延伸フィルムを擦過して開繊する方法が適用され

【0025】例えば、図2に示すように、延伸フィルム 11を、針3を備えた回転ロール4で擦過して開輸する ことにより、PTFE繊維1が得られる。この時、PT FE繊維1が針3に絡み付くのを防ぐために、図示のように、高速、高圧の空気5を吹き付けることが好まし

【0026】このようにして得られるPTFE繊維は、 その比表面積が、通常、0.3~10m²/gの範囲と なる。なお、この比表面積は、BET吸着法により測定 することができる。

【0027】図1の模式図に示すように、このようにして得るれたPTFE機能1は、幹機能1 aから核機能1 bが分岐した形状であり、繊維表面からは光性線能子をあるいは技術性松子2分類出まれな送出している。この分域構造は、走座型電子頻成鏡(SEM)により倍率約100~500倍で観察できる。このように、分域構造ととることにより、支緒性が特に高くなる。また、光触線性子等の一部が露出るいは突出していることから、数値性もまびも近壁にも優れる。

【0029】この製酒重合により得られたPTFEを用 が大製油方法の場合、前記光触媒粒子または抗菌性粒子 の配合量は、PTFEに対し、通常、1~30重量%で あり、押ましくは1~10重量%である。また、前記延 伸フィルムの厚さは、通常、0.01~0.1mmであ る。

【0030】そして、前述の乳化重合の場合と同様の方 法により、前記延伸フィルムを振過して開繍することに より、図1に示すような分岐形状で光触媒粒子等の一部 が露出あるいは突出したPTFE繊維が得られる。

【0031】このようにして得られた本発明のPTFE 繊維は、繊維径が、通常1~50μmの範囲であり、繊維長は1~150の範囲mmである。また、PTFE機 維の見掛け比重は、通常、0・20~2・2の範囲である。なお、好通範囲としては、繊維径が、1~30μmの範囲であり、跳失表では、0・30μmの範囲であり、強維長が1~50mmの範囲である。【0032】このようにして得られた本発明のPTFE機様は、常法により、フィルターや不磁布等に加工される。この場合、本発明のPTFE機様は、安路性に優れ

ることから、加工が容易であり、また得られるフィルタ 一等が緻密性に優れるようになる。

[0033]

【実施例】つぎに、実施例について説明する。

【0034】(集練例1)パラフィン系調解剤と駆化チャン(粒径0.5 μm)とを混合し、この混合物と乳化・ 重合により得られたPTFBファインパウダー(比重: 2.154)とを混合した。ここで酸化チタンの配合剤 合はPTFBファインパウダーに対して、2重単分である。また、パラフィン系関解剤の配合剤合給は、PTFBファインパウダーに対して24重量%である。この混合物をペースト押出し、小いてカレンダー加工し、厚き0.1 mmの未規成シートを得た。

【0035】この未焼成シートを温度280℃に加熱した状態で、前述の2つのロールの回転速度差による延伸 法により長手方向に4倍延伸し、ついで、温度350℃ で1分間加熱して焼成し、厚さ0.057mmの延伸フィルムを得た。

【00361 そして、図2に示す方法により挑婚。開輸 し、PTF E繊維を得た。この繊維を走査型電子顕微鏡 により観察(信格500倍) した結果、繊維表面から酸 化チクンが突出し、かつ準線性から機能は分域している るかが観察された。このPTF 医機能の繊維経3半均の 競度として、総結径が9μmであった。また、このPT FE機能の比表面積をBT吸着法で適定した結果、 7、5m²/ などわった。

10037] つぎに、このPTF B繊維をユードルパン チング機にかけて交絡させ、目付け量400g/m²の フェルトを得た。このフェルトを用いてエアーフィルタ 一を作製した。

【0038】 (実施例2)パラフィン系調解剤、軽化チタン (粒径0.5 μm) および銀ゼオライト(粒径2μm) を混合し、この混合物と実施例1と同じやTFEファインパウダーとを混合した。前記数化チタンの配合量は、PTFEファインパウダーに対して2重量%であり、銀ゼオライトの配合量とサ下FEファインパウダーに対して2重量%である。また、パラフィン系調解剤の配合器的は、PTFEファインパウダーに対して25重量%である。

gであった。

【0041】このPTFE繊維をユードルパンチング機 にかけて交絡させ、目付け量400g/m²のフェルト を作製し、エアーフィルターを作製した。

【0042】 (実験例3) 懸添重合により形成されたP TFE粉末(比重:2.16)と酸化チタン(粒径0・ 5μm)とを混合し、この混合物を円筒形を電に充填 し、圧力300kgf/cm²で予備成形した。前記酸 化チタンの配合量はPTFE粉末に対して10重量%で れる。

【0043】そして、温度380でつ3時間加温してPTFE成形株を件製した。この成形株を内物で削り出し、厚さ0.1mmのフィルムを得た。このフィルムを150℃に加熱した2本の圧延ロール間に導いて圧延延伸し、原さ0.05mmの延伸フィルムを得た。その後、実施例1と同様にして擦過、開機し、PTFE繊維を得た。

[0044]とのPTFB繊維を走空型電子顕微鏡により観察した結果、繊維表面から酸化チタンが突出し、かつ枝繊維が分域しているのが観察された。このPTFB繊維の繊維径は平均の繊度として、繊維径がアルπであった。また、このPTFB繊維の比表面積は、BET吸管法で測定した結果、0.36㎡/gであった。

【0045】つぎに、PTFE繊維をニードルパンチン

グ機にかけて交絡させ、目付け量500g/m²のフェルトを得た。このフェルトを用いてエアーフィルターを 作製した。

【0046】このようにして得られた実施例1~3のエアーフィルターについて、以下に示す方法により殺歯性テストを行った。この結果を下記の表1に示す。

【0047】(報酬テスト)エアーフィルターを100 mm×100 mmの大きさに成形しばおとん。他方、大開放を希別上を理な塩水を準備した。そして、この生理食塩水を前記終料エアーフィルターに環幕した。そして、初期産数 (構築直接)、24時間後離数、水助灯・時間限制後の機なを計削した。すなから、初期度数は、JIS L1902のシェークフラスコ法により評価する。また、24時間後離数は、近温で一般的な選択した後、結算エアーフィルターをシェークフラスコ法で評価する。また、本郷1時間開発した後、結算エアーフィルターをシェークフラスコ法で評価する。また、本郷1時間開発した機大のアラスコ法で評価する。また、本郷10〜40円、1時間照射は、前距24時間後離数と同様にして、大腸癌を評価した。なお、歯数の針数は、JIS L1902により行った。

【0048】 【表1】

実施例	初期邀敦	24時間後の菌数	プラックライト1時間 照射後の菌数		
	(個/a1)	(個/ml)	(個/ml)		
実施例1	5. 6×10'	1. 2×10'	2 0		
実施例 2	5. 8×10°	500	10		

3 × 1 0 3

実施例3 6. 1×10°

【0049】上記表1の結果から、実施例1~3のエアーフィルターは、大腸値の相葉性が高く、このことから変技施例のエアータルターは繊維性が高く、このことからまた。全エアーフィルターは、水銀ランプの照射により、その光触媒粒子の酸化作用が発現し、優れた残強効果が認められた。特に、酸セサライトを併用した実施例2のエアーフィルターでは、前記録セオライトの丸菌作用により、24年間後においても臨放者はく気かした。また、この銀ゼオライトは、木銀ランプの照射により再ば任化が可能で、このため、実施例2のエアーフィルターは、長寿命であったったが、実施例2のエアーフィルターは、長寿命であった。

# [0050]

【発明の効果】以上のように、本発明のPTFE繊維は、これをフィルターや不被布等に加工すれば、フィルム等に比べて表面積を大きくすることができ、前記光触 採粒子等の仕能を充分に発揮させることが可能となる。 また、本発明のPTFE繊維は、いわゆる分岐構造をと る場合、交替性が特に高くなり、これを用いたフィルター等の総常性が特に使れるようになる。したがって、こ のフィルター等は、細菌等の場集性が高くなる。また、 前記代機媒粒子等において、殺菌性または抗菌性が光照 射により再活性化するものを選択して使用すれば、得ら れるフィルター等が長寿命となる。

# 【図面の簡単な説明】

500

【図1】本発明のPTFE繊維の形状の一例を示す模式 図である。

【図2】本発明のPTFE繊維の製造方法において、延伸PTFEフィルムを擦過して開機する一例を示す説明 図である。

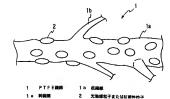
#### 【符号の説明】

- PTFE繊維
- 1 a 幹纖維
- 1 b 枝緞維
- 2 光触媒粒子または抗菌性粒子

技術表示箇所

【図1】

【図2】



識別記号 庁内整理番号

A01N 59/20 B01J 35/02 D01F 1/10

FΙ

(51) Int. CI.6 A O 1 N 59/20 B O 1 J 35/02 D O 1 F 1/10

フロントページの続き